

## EVALUATION DE L'ANALYSEUR FT-NIR DAIRYQUANT B4

Le DairyQuant B4 est un spectromètre proche infrarouge (gamme 3700-14885  $\text{cm}^{-1}$ ) fabriqué par la société Q Interline (Danemark) et distribué en France par la société Inforlab-Chimie. Il permet la détermination des paramètres de composition de produits laitiers solides (beurre, fromage ...).

Cet instrument est composé d'un spectromètre infrarouge industriel haute résolution, basé sur la technique de la transformée de Fourier (IRTF). Il intègre un interféromètre, breveté, de Michelson à double pivot équipé de miroirs en coin cube. Cette construction assure la stabilité de l'alignement optique. Pour l'application beurre une résolution de 32  $\text{cm}^{-1}$  est utilisée.

La détermination de paramètres divers (matière grasse, matière protéique, matière sèche ou humidité, chlorures...) est effectuée à partir d'un modèle PLS.

L'appareil est piloté par un PC et le traitement du signal est assuré par un logiciel InfraQuant pour les analyses de routine. Un second logiciel (Horizon QI) dédié au développement de calibrages peut également être fourni.



### Les essais:

Les essais d'évaluation, réalisés dans des capsules en téflon réutilisables, ont été menés au laboratoire de physico-chimie d'ACTALIA Cecalait (analyses de référence et analyses infrarouge) en septembre et octobre 2013. La répétabilité et la justesse pour les paramètres teneur en eau et taux de sel dans les beurres doux et salés ont été évaluées.

Les calculs ont été effectués conformément à la norme ISO 21543/FIL 201 : 2006.

## **1- EVALUATION DE LA REPETABILITE**

### 1.1- Echantillons

Les essais ont été réalisés à partir de 15 échantillons de beurre doux et 30 échantillons de beurre salé collectés en GMS. Il s'agit donc de beurre provenant de nombreux sites de productions différents.

### 1.2- Procédure

La répétabilité de l'appareil a été évaluée sur 15 échantillons de beurre doux et de beurre salé pour le paramètre teneur en eau (Eau) et sur 30 échantillons de beurre salé pour le paramètre taux de sel (NaCl). Les dosages ont été effectués en 2 séries (beurre doux et beurre salé) en doublant consécutivement chaque échantillon. La stabilité de l'analyseur a été vérifiée par utilisation d'un échantillon témoin à chaque série.

### 1.3- Résultats

Le tableau suivant récapitule les résultats obtenus

PRODUIT	PARAMETRE	n	min	max	M	Sx	Sr	Sr (%)	r
BEURRE DOUX	Eau (g/100g)	15 (13)	13,18 (15,35)	16,31 (16,31)	15,562 (15,843)	0,821 (0,303)	0,067 (0,048)	0,43 (0,31)	0,185 (0,134)
	Eau (g/100g)	15 (13)	12,98 (15,12)	16,17 (16,17)	15,354 (15,684)	0,913 (0,278)	0,142 (0,099)	0,93 (0,63)	0,394 (0,273)
BEURRE SALE	NaCl (g/100g)	30 (29)	1,45 (1,45)	2,51 (2,51)	2,053 (2,047)	0,236 (0,237)	0,046 (0,040)	2,26 (1,94)	0,129 (0,110)

**Tableau 1** : Critères de répétabilité du Quant pour les paramètres teneurs en eau et NaCl sur échantillons de beurre  
*n, min, max* : nombre de résultats, valeur minimum et maximum ; *M et Sx* : moyenne et écart-type des résultats ; *Sr et Sr%* : écart-type de répétabilité absolu et relatif ; *r* : écart maximal de répétabilité (95% des cas)

Les valeurs entre parenthèses correspondent aux valeurs recalculées après élimination (écarts entre doubles supérieurs à 3Sr et valeurs hors gamme d'étalonnage 15-16,5% pour la teneur en eau)

### 1.4- Conclusion

En l'absence de spécifications normatives, on remarque que les écarts-types de répétabilité relatifs fluctuent entre 0,31% et 1,94% en fonction des paramètres mesurés. Pour le paramètre teneur en eau, les performances sont meilleures pour le beurre doux que pour le beurre salé (0,31% contre 0,63%).

En comparaison des méthodes de référence utilisées pour évaluer la justesse, pour le paramètre teneur en eau, les Sr obtenus (0,048 g/100 g et 0,099 g/100 g) sont plus élevés (teneur en eau ISO 3727-1, Sr limite égal à 0,036 g/100 g).

## **2- EVALUATION DE LA JUSTESSE**

### 2.1- Procédure

La justesse de l'appareil a été évaluée en concordance avec la répétabilité. Les valeurs instrumentales sont issues d'un calibrage constructeur. Les méthodes de référence utilisées ont été les suivantes :

- Teneur en eau : méthode par dessiccation à l'étuve selon la norme ISO 3727-1 / FIL 80-1 : 2001 (essai en double pour le beurre doux et en simple pour le beurre salé)
- Teneur en sel : méthode au chloruremètre (essai en simple).

Les résultats obtenus, pour le paramètre teneur en eau par la méthode de référence sur les échantillons de beurre doux, correspondent à la moyenne de 2 répétitions effectuées en condition de répétabilité.

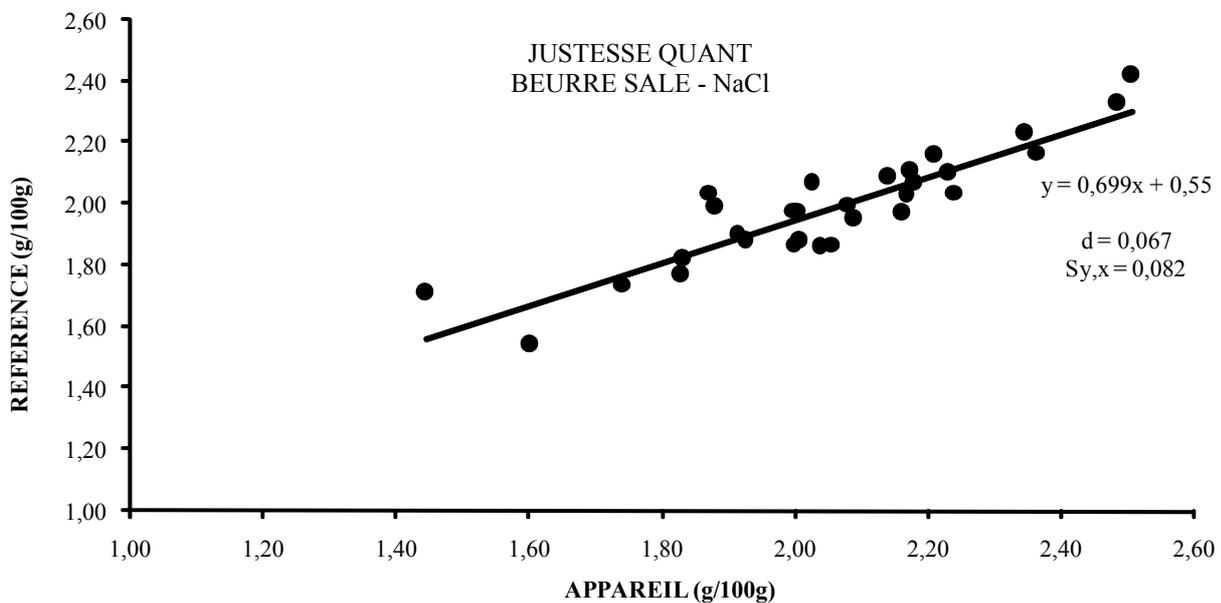
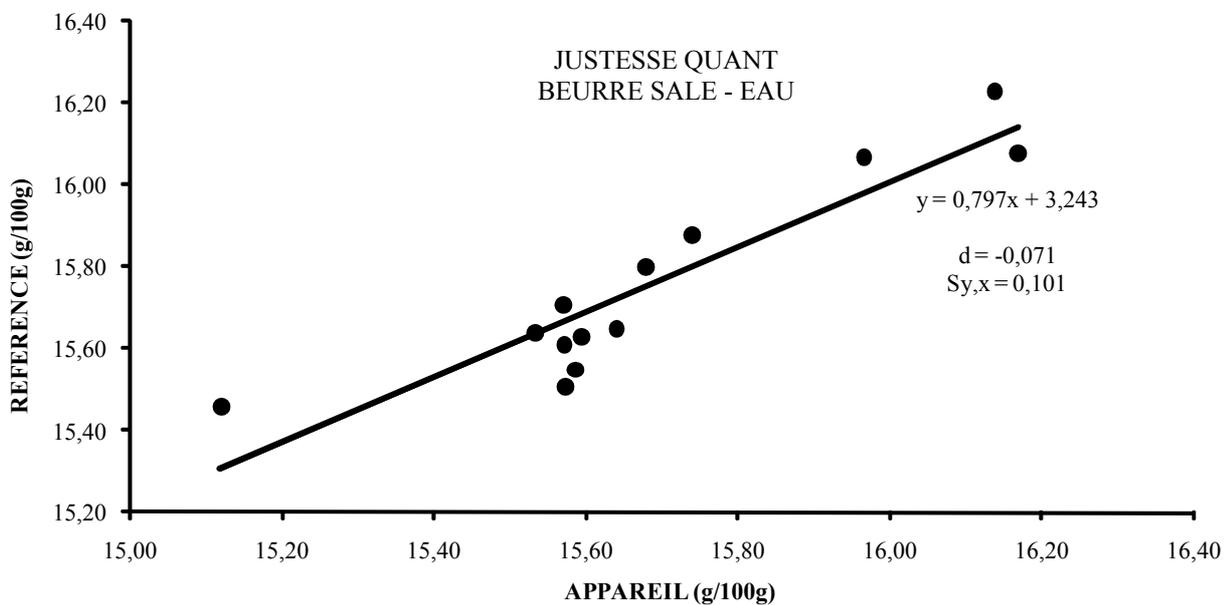
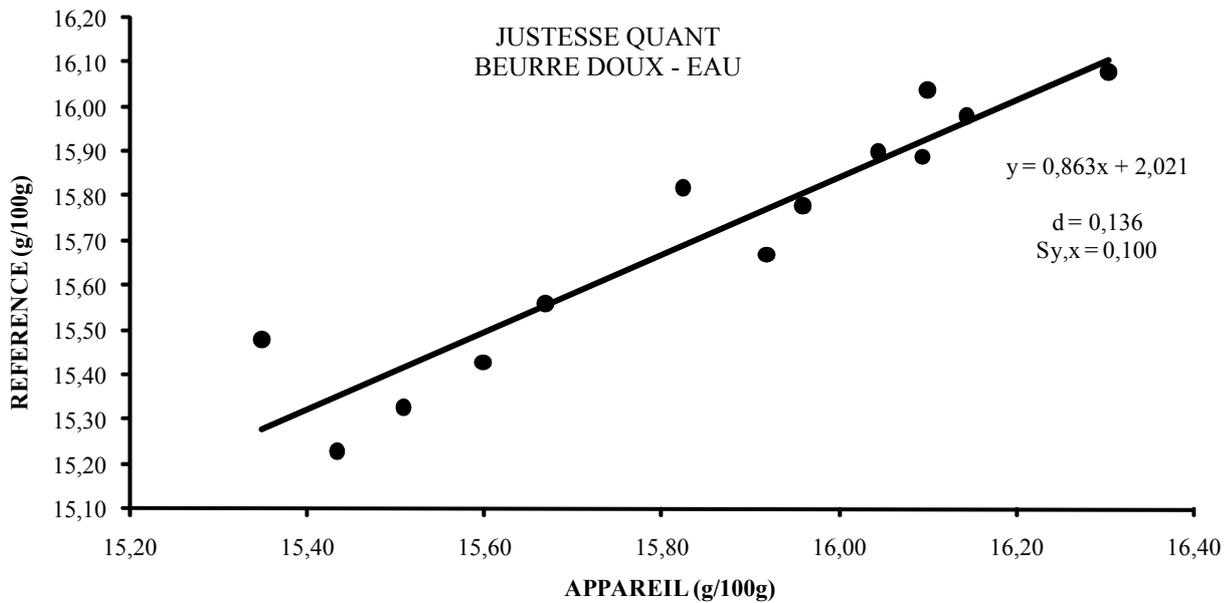
### 2.2- Résultats

Le tableau et les figures suivants récapitulent les résultats obtenus.

		n	min	Max	Y	Sy	d	Sd	Sy,x	Sy,x (%)	RMSE P
BEURRE DOUX	EAU (g/100g)	15 (13)	14,18 (15,23)	16,08 (16,08)	15,587 (15,707)	0,472 (0,279)	-0,026 (0,136)	0,439 (0,104)	0,204 (0,100)	1,31 (0,63)	0,425 (0,169)
	EAU (g/100g)	15 (13)	14,46 (15,46)	16,23 (16,23)	15,595 (15,755)	0,481 (0,242)	-0,241 (-0,071)	0,462 (0,111)	0,122 (0,101)	0,80 (0,64)	0,507 (0,129)
BEURRE SALE	NaCl (g/100g)	30	1,54	2,42	1,986	0,183	0,067	0,107	0,082	4,00	0,125

**Tableau 2** : Critères de justesse du Quant pour les paramètres teneur en eau et NaCl sur échantillons de beurre  
*n, min, max* : nombre de résultats, valeur minimum et maximum ; *Y* : moyenne des résultats par méthode de référence ; *Sy* : écart-type des résultats par méthode de référence ; *d, Sd* : moyenne et écart-type des écarts ; *Sy,x* : écart-type résiduel ; *RMSEP* : erreur de prédiction.

Les valeurs entre parenthèses correspondent aux valeurs recalculées après élimination des résidus aberrants, selon Grubbs 5%, et des résultats hors gammes d'étalonnage (15-16,5% pour la teneur en eau).



Figures 1,2 et 3 : Relation entre les résultats références et instrumentaux pour les paramètres teneur en eau et NaCl sur échantillons de beurre

On remarque que :

- pour le paramètre teneur en eau des beurres doux et salés, les RMSEP sont respectivement égales à 0,169 g/100 g et 0,129 g/100 g. Les pentes de régressions linéaires (0,897 et 0,763 respectivement) ne sont pas différentes de 1 (risque 5%).
- pour le paramètre sel, la RMSEP est égale à 0,125 g/100 g. La pente (0,699) de la régression linéaire est significativement différente de 1 (risque 1%).

### **2.3- Conclusion**

En l'absence de spécifications normatives, les performances observées permettent des prédictions exprimées en RMSEP respectivement égales à 0,169 g/100 g et 0,129 g/100 g (soit 1,1% et 0,8% en valeur relative) pour la teneur en eau (étendue de mesure 15-16,5 g/100 g) des beurres doux et salés, et 0,125 g/100 g (6,3%) pour la teneur en sel. Les valeurs de RMSEP observées sont proches des spécifications du constructeur (RMSECV limite 0,1 g/100 g pour la teneur en eau et 0,05 g/100 g pour la teneur en NaCl). Les écarts-types résiduels de régression linéaire obtenus sont en accord (teneur en eau) ou plus proches (teneur en sel) de ces spécifications.

### **CONCLUSION GENERALE**

De manière générale, il est difficile d'interpréter les résultats obtenus en l'absence de spécifications normatives. Néanmoins, les performances observées, en terme de RMSEP pour chaque paramètre mesuré, constituent des maximas, l'évaluation ayant été réalisée à partir de calibrages constructeurs usine optimisés pour des échantillons issus directement d'une entité unique de production.

De ce fait, au vu des paramètres de régression obtenus précédemment, les performances peuvent être améliorées par un ajustement spécifique des calibrages (pente et ordonnée à l'origine selon l'équation finale  $Y = b.X + a$ ) sur les échantillons locaux ou par développement de calibrages spécifiques au site.

*D'après le rapport d'évaluation de l'analyseur FT-NIR DairyQuant B4 – X. QUERVEL et Ph. TROSSAT – Octobre 2013*